

Bibliographic Information

Preparation of heterocyclic-substituted nitroethylene derivatives as insecticides. Ishimitsu, Keiichi; Suzuki, Junji; Oishi, Haruhito; Yamada, Tomio; Hataño, Renpei; Takakusa, Nobuo. (Nippon Soda Co., Ltd., Japan). Jpn. Kokai Tokkyo Koho (1991), 15 pp. CODEN: JKXXAF JP 03255072 A2 19911113 Heisei. Patent written in Japanese. Application: JP 90-139876 19900531. Priority: JP 90-3855. CAN 116:151580 AN 1992:151580 CAPLUS (Copyright 2003 ACS)

Patent Family Information

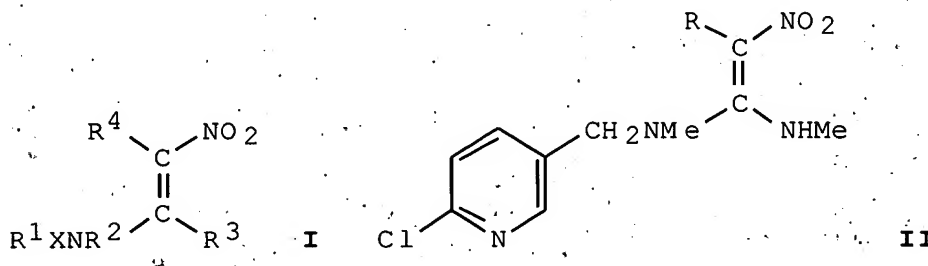
Patent No.	Kind	Date	Application No.	Date
JP 03255072	A2	19911113	JP 1990-139876	19900531
JP 2943246	B2	19990830		

Priority Application Information

JP 1990-3855 19900111

Abstract

The title compds. [I; R¹ = pyridyl, thiazolyl, etc.; R² = H, (substituted) alkyl, alkenyl, alkynyl, etc.; R³ = (substituted) alkyl, alkenyl, alkynyl, cycloalkyl, etc.; R⁴ = halo, (substituted) alkylthio, alkenylthio, arylthio, etc.; X = (substituted) alkylene, hetero atom, bond] are prepd. N-Chlorosuccinimide (1.4 g) was added to a soln. of 2.6 g nitroethylene deriv. II (R = H) in CHCl₃ with stirring at room temp. to give 2.5 g chloro deriv. I (R = Cl), which killed 100% Aphis gossypii at 125 ppm. Also prepd. and tested were 5 addnl. I.



⑨ 日本国特許庁(JP) ⑩ 特許出願公開
⑪ 公開特許公報(A) 平3-255072

⑫ Int.Cl.⁵ 識別記号 庁内整理番号 ⑬ 公開 平成3年(1991)11月13日
C 07 D 213/36 7019-4C
213/81 7019-4C
231/12 8213-4C※
審査請求 未請求 請求項の数 7 (全15頁)

⑭ 発明の名称 ニトロエチレン誘導体、その製造方法及び殺虫剤
⑮ 特 願 平2-139876
⑯ 出 願 平2(1990)5月31日
優先権主張 ⑰ 平2(1990)1月11日 ⑱ 日本(JP) ⑲ 特願 平2-3855
⑳ 発 明 者 石 光 主 一 神奈川県小田原市高田字柳町345 日本曹達株式会社小田
原研究所内
㉑ 発 明 者 鈴 木 順 次 神奈川県小田原市高田字柳町345 日本曹達株式会社小田
原研究所内
㉒ 発 明 者 大 石 治 仁 神奈川県小田原市高田字柳町345 日本曹達株式会社小田
原研究所内
㉓ 出 願 人 日本曹達株式会社 東京都千代田区大手町2丁目2番1号
㉔ 代 理 人 弁理士 横山 吉美 外1名
最終頁に続く

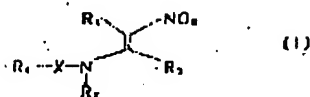
明 細 書

1. 発明の名称

ニトロエチレン誘導体、その製造方法及び殺虫剤

2. 特許請求の範囲

(1) 一般式(1)



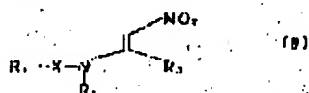
(式中、R₁は置換ヘテロ原子、Xは置換されていてもよいアルキレン基、ヘテロ原子又は単結合を、R₂は水素、置換されていてもよいアルキル基、アルケニル基、アルキニル基、シクロアルキル基、シクロアルケニル基もしくはアリール基、-Y-R₃、又は-N< $\begin{array}{c} R_5 \\ R_6 \end{array}$ (ここでYはO、S(O) $\begin{array}{c} O \\ || \end{array}$ -C-、-CO-、を、ZはO、S、

Zを、R₅は水素、置換されていてもよいアルキル基、アルケニル基、アルキニル基、シクロアルキル基、シクロアルケニル基又はアリール基を、R₆、R₇は同一又は相異って、水素、置換されていてもよいアルキル基、アルケニル基、アルキニル基、シクロアルキル基、シクロアルケニル基又はアリール基を示す。)を示し、更にXとR₂は一緒になって、さらにヘテロ原子を含み又は含まずして環を形成してもよい。

R₃は置換されていてもよいアルキル基、アルケニル基、アルギニル基、シクロアルキル基、シクロアルケニル基もしくはアリール基、又は-N< $\begin{array}{c} R_8 \\ R_9 \end{array}$ ここでR₈は水素、置換されていてもよいアルキル基、アルケニル基、アルキニル基、シクロアルキル基、シクロアルケニル基又はアリール基を、R₉は置換されていてもよいアルキル基、アルケニル基、アルキニル基、シクロアルキル基、シクロアルケニル基もしくはアリール基、-Z-R₁₀、又は-N< $\begin{array}{c} R_{11} \\ R_{12} \end{array}$ を、ZはO、S、
(O) m、-C-、または-CO-、を、mは0、

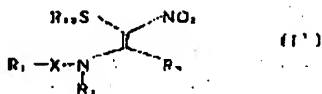
1、2を、 R_{11} は水素、置換されていてもよいアルキル基、アルケニル基、アルキニル基、シクロアルキル基、シクロアルケニル 又はアリール基を、 R_{12} 、 R_{13} は同一又は相異って、水素、置換されていてもよいアルキル基、アルケニル基、アルキニル基、シクロアルキル基、シクロアルケニル基もしくはアリール基を、更に R_{11} 、 R_{12} は一緒になって、ともにヘテロ原子を含有又は含まずして環を形成してもよい。 R_4 はハロゲン又は $-SR_{14}$ （ここで R_{14} は置換されていてもよいアルキル基、アルケニル基、アルキニル基、シクロアルキル基、又はアリール基を示す。）を示す）で表わされる化合物。

(III) 一般式 (III)



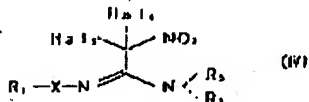
(式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 及び X は前記と同じ意味を示す。) で表わされる化合物と、ハロゲン化剤とを反応させることを特徴とする一般式

(I')

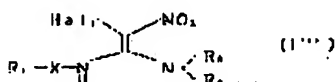


(式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 及び X は前記と同じ意味を示す。) で表わされる化合物の製造方法。

(4) 一般式 (IV)

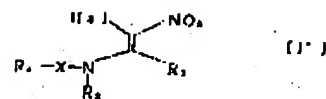


(式中、 Hal_1 、 Hal_2 は同一又は相異ったハロゲンを示し、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 及び X は前記と同じ意味を示す。) で表わされる化合物と $NaBH_4$ とを反応させることを特徴とする一般式 (I'')



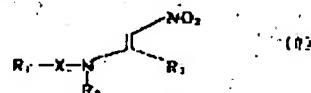
(式中、 Hal_1 、 Hal_2 、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 及び X は

(I)



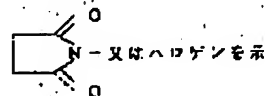
(式中、 Hal_1 はハロゲンを示し、 R_1 、 R_2 、 R_3 及び X は前記と同じ意味を示す。) で表わされる化合物の製造方法。

(II) 一般式 (II)



(式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 及び X は前記と同じ意味を示す。) で表わされる化合物と一般式 (III)

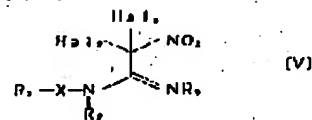
I - SR15



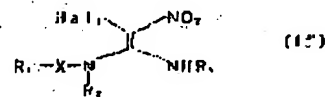
し、 R_{15} は前記と同じ意味を示す。) で表わされる化合物とを反応させることを特徴とする一般式

前記と同じ意味を示す。) で表わされる化合物の製造方法。

(5) 一般式 (V)

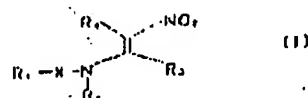


(式中、 Hal_1 、 Hal_2 、 R_1 、 R_2 、 R_3 及び X は前記と同じ意味を示す。) で表わされる化合物と $NaBH_4$ とを反応させることを特徴とする一般式 (I'')



(式中、 Hal_1 、 Hal_2 、 R_1 、 R_2 、 R_3 及び X は前記と同じ意味を示す。) で表わされる化合物の製造方法。

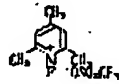
(6) 一般式 (I)



上式中H_αIはハロゲンを示し、R₁、R₂、R₃及びXは前記と同じ意味を示す。

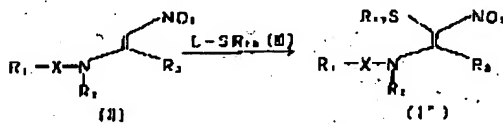
反応はクロロホルム、ジクロロエタン、四塩化炭素等の不活性有機溶媒中、室温ないし、加熱下で行われる。反応開始剤としてベンゾイルパーオキサイド(BPO)などを使用してもよい。

ハロゲン化剤としては、H_αIが塩素原子、炭素原子のときはそれぞれ、N-クロロサクシノイミド(NCS)、N-ブロマサクシノイミド(NBS)が、H_αIがフッ素原子のときは式



で置換されるN-フッロ-2,4,6-トリメチルピリジニウムトリフェート(以下P化剤とかく)等が使用できる。

(2) R₃が-SR₃のとき:

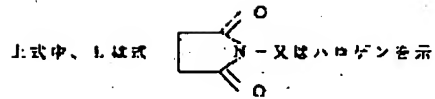
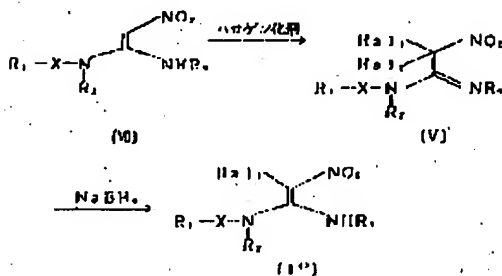


上式中、H_αI、H_βI、H_γIは同一Xは抱擁したハロゲンを示し、R₁、R₂、R₃及びXは前記と同じ意味を示す。

一般式(IV)から一般式(V)の製造はハロゲン化剤を2モル以上使用し、(II)と同様の反応条件で行われる。H_αI、H_βI、H_γIに異なるハロゲン原子を入れる場合にはNCS、NBS、P化剤等を適宜組み合わせて、二段階で反応を行うことにより製造される。

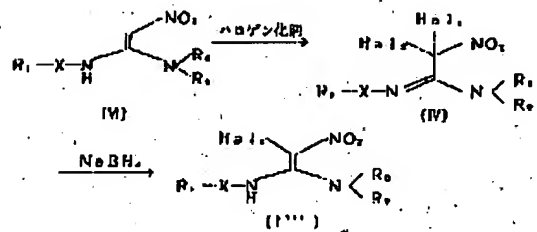
一般式(IV)から一般式(I'')の反応は、不活性有機溶媒好ましくはメタノール、エタノール等のアルコール類中室温ないし加熱下で行われる。

(5) R₃が水素のとき:



上式中、Lは式
L、R₁、R₂、R₃、R₄及びXは前記と同じ意味を示す。反応はクロロホルム、ジクロロエタン、四塩化炭素等の不活性有機溶媒中、室温ないし、加熱下で行われる。必要により触媒としてあるいは溶媒としてトリエチルアミン、ピリジン等を使用する。

(6) R₃が水素のとき:

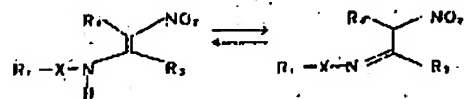


上式中R₁、R₂、R₃、H_αI、H_βI、H_γI及びXは前記と同じ意味を示す。

一般式(VI)から一般式(V)の製造及び一般式(V)から一般式(I'')の製造は(II)の場合と同様である。

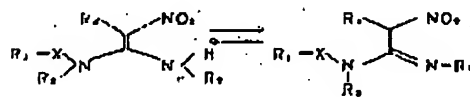
反応終了後は通常の精製を行うことにより目的物を得ることができる。本発明化合物の構造は、IR、NMR、MASS等から決定した。

本発明化合物で、R₃が水素のとき、



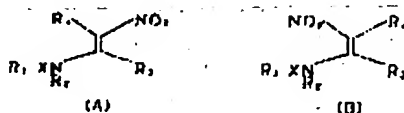
で置換される互変異性体が存在しうる。

又、R₃が-N<R₄でR₄が水素のとき、



のような互感異性体が存在する。

又、下に示した如な(A)(B)の異性体も存在するが、構造分析の測定条件によりその存在比率が異なる。

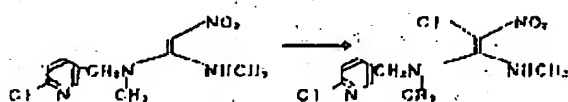


(実施例-化合物)

次に実施例を挙げて本発明化合物を更に詳細に説明する。

実施例 1

1-クロロ-2-(N-メチル-N-2-クロロピリジン-5-イルメチルアミノ)-2-メチルアミノ-1-ニトロエチレン(化合物番号A) :



- 15 -

2-(2-クロロピリジン-5-イルメチルアミノ)-2-メチルアミノ-1-ニトロエチレン 0.96g をクロロホルム30ccに溶解させ、N-クロロサクシノイミド1.2gを加え室温で1時間攪拌させる。反応終了後、水洗、硫酸マグネシウム乾燥後、溶媒を留去することにより結晶物質(D)を得た。得られた結晶化合物(D)をさらに50%のメタノールに溶解させ、ソジウムボロハイドライド0.6gを加え、室温で20分攪拌させた。反応終了後少量の水で分解後溶媒を減圧留去し、得られたオイル状物質をカラムクロマトグラフィーにより分離精製することにより目的物0.96gを得た。m. p. 117-118℃。

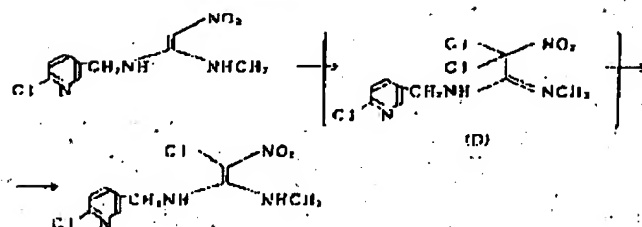
実施例 3

1-(2-メチルフェニルチオ)-2-(N-メチル-N-2-クロロピリジン-5-イルメチルアミノ)-2-メチルアミノ-1-ニトロエチレン(化合物番号237) :

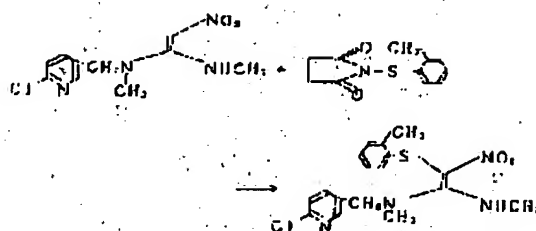
2-(N-メチル-N-2-クロロピリジン-5-イルメチルアミノ)-2-メチルアミノ-1-ニトロエチレン2.6gをクロロホルム30ccに溶解させ、N-クロロサクシノイミド1.4gを加え室温で3時間攪拌させる。反応終了後不溶物を濾過し、クロロホルムを留去すると結晶物質が得られた。この結晶物質をアセトリルで再結することにより目的物2.5gを得た。m. p. 109.5-111.5℃。

実施例 2

1-クロロ-2-(2-クロロピリジン-5-イルメチルアミノ)-2-メチルアミノ-1-ニトロエチレン(化合物番号1) :




- 16 -




塩化エチレン20cc中に2-(N-メチル-N-2-クロロピリジン-5-イルメチルアミノ)-2-メチルアミノ-1-ニトロエチレン1.3g、N-2-メチルフェニルチオサクシノイミド1.2g、トリエチルアミン1ccを加え8時間遊走させた。反応終了後、溶媒を留去し、得られたオイル状物質をカラムクロマトグラフィーにより分離精製することにより目的物0.8gを得た。m. p. 60-63℃。

上記実施例を含めて、本発明の化合物を第1頁に示した。


第 1 表

化合物番号	構造式					物理的性質 () n, p, etc.
	R ¹	X	R ₂	R ₃	R ₄	
1		Cl ₂	H	NO ₂	Cl	(117-118)
2	"	"	"	NO ₂	"	
3	"	"	"	NO ₂	"	
4	"	"	"	NO ₂	"	
5	"	"	"	NO ₂	"	
6	"	"	"	NO ₂	"	
7	"	"	"	NO ₂	"	
8	"	"	"	NO ₂	"	


- 19 -

20		Cl ₂	H	NO ₂	Cl	
21	"	"	"	NO ₂	"	
22	"	"	"	NO ₂	"	
23	"	"	"	NO ₂	"	
24	"	"	"	NO ₂	"	
25	"	"	"	NO ₂	"	
26	"	"	"	NO ₂	"	
27	"	"	"	NO ₂	"	
28	"	"	"	NO ₂	"	
29	"	"	"	NO ₂	"	
30	"	"	"	NO ₂	"	





- 21 -

9		Cl ₂	H	NO ₂	Cl	
10	"	"	"	NO ₂	"	
11	"	"	"	NO ₂	"	
12	"	"	"	NO ₂	"	
13	"	"	"	NO ₂	"	
14	"	"	"	NO ₂	"	
15	"	"	"	NO ₂	"	
16	"	"	"	NO ₂	"	
17	"	"	"	NO ₂	"	
18	"	"	"	NO ₂	"	
19	"	"	"	NO ₂	"	






- 20 -

31		Cl ₂	H	NO ₂	Cl	
32	"	"	"	NO ₂	"	
33	"	"	"	NO ₂	"	
34	"	"	"	NO ₂	"	
35	"	"	"	NO ₂	"	
36	"	"	"	NO ₂	"	
37	"	"	"	NO ₂	"	
38	"	"	"	NO ₂	"	
39	"	"	"	NO ₂	"	
40	"	"	"	NO ₂	"	
41	"	"	"	NO ₂	"	




- 22 -

42		-CH ₂ -	H		P	
43	"	"	"		"	
44	"	"	"	HOCH ₂	"	
45	"	"	"	HOCH ₂ CH ₂	"	
46	"	"	"	HOCH ₂ CH ₂ CH ₂	"	
47	"	"	"		"	
48	"	"	CH ₃	HOCH ₂	Cl	(108.5-118.5)
49	"	"	"	HOCH ₂ CH ₂	"	
50	"	"	"	HOCH ₂ (CH ₂) ₂	"	
51	"	"	"	HOCH ₂ CH ₂ (n)	"	
52	"	"	"	HOCH ₂ CH ₂ (1)	"	




- 23 -

53		-CH ₂ -	CH ₂		Cl	
54	"	"	"		"	
55	"	"	"	HOCH ₂	Br	
56	"	"	"	HOCH ₂ CH ₂	"	
57	"	"	"	HOCH ₂ (CH ₂) ₂	"	
58	"	"	"	HOCH ₂ CH ₂ (n)	"	
59	"	"	"	HOCH ₂ CH ₂ (1)	"	
60	"	"	"		"	
61	"	"	"		"	
62	"	"	"	HOCH ₂	P	
63	"	"	"	HOCH ₂ CH ₂	"	


- 24 -

64		-CH ₂ -	CH ₃	HOCH ₂ (CH ₂) ₂	P	
65	"	"	"	HOCH ₂ CH ₂ (1)	"	
66	"	"	"		"	
67	"	"	C ₂ H ₅	HOCH ₂	Cl	
68	"	"	"	HOCH ₂ CH ₂	"	
69	"	"	"	HOCH ₂ (CH ₂) ₂	"	
70	"	"	C ₂ H ₅ (1)	HOCH ₂	"	
71	"	"	"	HOCH ₂ CH ₂	"	
72	"	"	"		"	
73	"	"	CH ₂ CH ₂ CH ₃	HOCH ₂	"	
74	"	"	"	HOCH ₂ CH ₂	"	


- 25 -

75		-CH ₂ -	CH ₂ C=CH	HOCH ₂	Cl	
76	"	"	"	HOCH ₂ CH ₂	"	
77	"	"		HOCH ₂	"	
78	"	"	"	HOCH ₂ CH ₂	"	
79	"	"		HOCH ₂	"	
80	"	"	"	HOCH ₂ CH ₂	"	
81	"	"	COCH ₃	HOCH ₂	"	
82	"	"	"	HOCH ₂ CH ₂	"	
83	"	"	SO ₂ CH ₃	HOCH ₂	"	
84	"	"	"	HOCH ₂ CH ₂	"	
85	"	"	H	HOCH ₂	"	




- 26 -

86		—	H	AlCl_3	Cl	
87	—	—	—	$\text{HCl}(\text{CH}_3)_2$	—	
88	—	—	—	$\text{HCl}(\text{CH}_3)_2$	—	
89	—	—	—	$\text{HCl}(\text{CH}_3)_2$	—	
90	—	—	—	$\text{HCl}(\text{CH}_3)_2$	—	
91	—	—	—	$\text{HCl}(\text{CH}_3)_2$	—	
92	—	—	—	$\text{HCl}(\text{CH}_3)_2$	Br	
93	—	—	—	$\text{HCl}(\text{CH}_3)_2$	—	
94	—	—	—	$\text{HCl}(\text{CH}_3)_2$	—	
95	—	—	—	$\text{HCl}(\text{CH}_3)_2$	F	
96	—	—	—	$\text{HCl}(\text{CH}_3)_2$	—	







- 27 -

97		—	H	$\text{HCl}(\text{CH}_3)_2$	F	
98	—	Cl_2	—	Cl_2	Cl	
99	—	—	—	C_6H_5	—	(111) - (119)
100	—	—	—	$\text{Cl}(\text{CH}_3)_2$	—	
101	—	—	—	C_6H_5	—	
102	—	—	—	Cl_2	—	
103	—	—	—	Cl_2	Br	
104	—	—	—	C_6H_5	—	
105	—	—	—	$\text{Cl}(\text{CH}_3)_2$	—	
106	—	—	—	C_6H_5	—	
107	—	—	—	C_6H_5	—	







- 28 -

108		Cl_2	H	CH_3	P	
109	—	—	—	C_6H_5	—	
110	—	—	—	$\text{Cl}(\text{CH}_3)_2$	—	
111	—	—	Cl_2	CH_3	Cl	
112	—	—	—	C_6H_5	—	
113	—	—	C_6H_5	Cl_2	—	
114	—	—	—	C_6H_5	—	
115	—	—	$\text{Cl}(\text{CH}_3)_2$	CH_3	—	
116		—	H	$\text{HCl}(\text{CH}_3)_2$	—	
117	—	—	Cl_2	—	—	
118		—	H	—	—	








- 29 -

119		Cl_2	Cl_2	$\text{HCl}(\text{CH}_3)_2$	Cl	
120		—	H	—	—	
121	—	—	Cl_2	—	—	
122		—	H	—	—	
123	—	—	Cl_2	—	—	
124		—	H	—	—	
125	—	—	Cl_2	—	—	
126		—	H	—	—	
127	—	—	Cl_2	—	—	
128		—	H	—	—	
129	—	—	Cl_2	—	—	







- 30 -

130		-Cl-	H	NiCl_2	Cl	
131	-	-	CH_3	-	-	
132		-	H	-	-	
133	-	-	CH_3	-	-	
134		-	H	-	-	
135	-	-	CH_3	-	-	
136		-	H	-	-	
137	-	-	CH_3	-	-	
138		-	H	-	-	
139	-	-	CH_3	-	-	
140		-	H	-	-	







- 31 -

141		-Cl-	CH_3	NiCl_2	Cl	
142		-	H	-	-	
143	-	-	CH_3	-	-	
144		-	H	-	-	
145	-	-	CH_3	-	-	
146		-	H	-	-	
147	-	-	CH_3	-	-	
148		-	H	-	-	
149	-	-	CH_3	-	-	
150		-Cl-	H	-	-	
151		-	-	-	-	







- 32 -

152		CH_3	H	NiCl_2	Cl	
153	-	-	CH_3	-	-	
154		-	H	-	-	
155	-	-	CH_3	-	-	
156		-	H	-	-	
157	-	-	CH_3	-	-	
158		-	H	-	-	(56 - 57)
159	-	-	CH_3	-	-	
160		-	H	-	-	
161	-	-	CH_3	-	-	
162		-	H	-	-	







- 33 -

163		CH_3	CH_3	NiCl_2	Cl	
164		-	H	-	-	
165	-	-	CH_3	-	-	
166		-	H	-	-	
167	-	-	CH_3	-	-	
168		-Cl-	H	-	-	
169	-	-	CH_3	-	-	
170		-	H	-	-	
171	-	-	CH_3	-	-	
172		-	H	CH_3	-	
173	-	-	CH_3	-	-	


- 34 -

174		-Cl ₂	II	Cl ₂	Cl	
175	-	-	Cl ₂	-	-	
176		-	II	-	-	
177	-	-	Cl ₂	-	-	
178		-	II	-	-	
179	-	-	Cl ₂	-	-	
180		-	II	-	-	
181	-	-	Cl ₂	-	-	
182		-	II	-	-	
183		-	II	NiCl ₂	-	
184	-	-	Cl ₂	-	-	



- 15 -

185		-Cl ₂	II	NiCl ₂	Br ₂	
186	-	-	Cl ₂	-	-	
187		-	II	-	-	
188	-	-	Cl ₂	-	-	
189		-	II	-	-	
190	-	-	Cl ₂	-	-	
191		-	II	-	-	
192	-	-	Cl ₂	-	-	
193		-	II	-	-	
194	-	-	Cl ₂	-	-	
195		-	II	-	-	

- 16 -

196		-Cl ₂	II	NiCl ₂	Cl	
197	-	-	-	NiCl ₂ (C ₂ H ₅) ₂	-	
198	-	-	-	NiCl ₂	-	
199	-	-	-	NiCl ₂ ·CH ₂ Cl ₂	-	
200	-	-	-	NiCl ₂	-	
201	-	-	-	NiCl ₂ ·H ₂ O	-	
202	-	-	-	NiCl ₂ ·2H ₂ O	-	
203	-	-	Cl ₂	NiCl ₂	-	
204	-	-	-	NiCl ₂ ·H ₂ O	-	
205	-	-	-	NiCl ₂ (C ₂ H ₅) ₂	-	
206	-	-	II	NiCl ₂	Br	

- 17 -

207		-Cl ₂	II	NiCl ₂	Br	
208	-	-	-	NiCl ₂	F	
209	-	-	-	NiCl ₂	-	
210		-Cl ₂	II	NiCl ₂	-SCl ₂	
211	-	-	-	-	-SCl ₂	
212	-	-	-	-	-SCl ₂ (C ₂ H ₅) ₂	
213	-	-	-	-	-SCl ₂ ·H ₂ O	
214	-	-	-	-	-SCl ₂ ·2H ₂ O	
215	-	-	-	-	-SCl ₂ ·C ₂ H ₅	
216	-	-	-	-	-SCl ₂ ·C ₂ H ₅	
217	-	-	-	-	-SCl ₂ ·C ₂ H ₅	

- 18 -

218		$-Cl_2-$	II	$AlCl_3$	$S-\text{C}_6H_4-Br$	(145-147)
219	-	-	-	-	$S-\text{C}_6H_4-Br$	
220	-	-	-	-	$S-\text{C}_6H_4-Cl_2$	
221	-	-	-	-	$S-\text{C}_6H_4-Cl_2$	
222	-	-	-	-	$S-\text{C}_6H_4-Cl_2$	
223	-	-	-	-	$S-\text{C}_6H_4-Cl_2$	
224	-	-	-	-	$S-\text{C}_6H_4-Cl_2$	
225	-	-	-	-	$S-\text{C}_6H_4-Cl_2$	
226	-	Cl_2	Cl_2	-	SCl_2	
227	-	-	-	-	SCl_2	
228	-	-	-	-	SCl_2	

- 39 -

229		Cl_2	Cl_2	$AlCl_3$	$SC_2H_4(O)$	(145-147)
230	-	-	-	-	SCl_2	
231	-	-	-	-	SCl_2	
232	-	-	-	-	$S-\text{C}_6H_4$	
233	-	-	-	-	$S-\text{C}_6H_4-Cl$	
234	-	-	-	-	$S-\text{C}_6H_4-Br$	
235	-	-	-	-	$S-\text{C}_6H_4-Br$	
236	-	-	-	-	$S-\text{C}_6H_4-Cl_2$	
237	-	-	-	-	$S-\text{C}_6H_4-Cl_2$	(60-63)
238	-	-	-	-	$S-\text{C}_6H_4-Cl_2$	
239	-	-	-	-	$S-\text{C}_6H_4-Cl_2$	

- 40 -

240		Cl_2	C_2H_5	$AlCl_3$	SCl_2	
241	-	-	-	-	SC_2H_5	
242	-	-	-	-	$S-\text{C}_6H_4$	
243	-	-	-	-	$S-\text{C}_6H_4-Br$	
244		$-Cl_2-$	II	-	$-SCl_2$	
245	-	-	-	-	$-SCl_2$	
246	-	-	-	-	$S-\text{C}_6H_4$	
247	-	-	-	-	$S-\text{C}_6H_4-Cl$	
248	-	-	-	-	$S-\text{C}_6H_4-Br$	
249	-	-	Cl_2	-	$-SCl_2$	
250	-	-	-	-	SCl_2	

- 41 -

251		$-Cl_2-$	Cl_2	$AlCl_3$	$S-\text{C}_6H_4$	
252	-	-	-	-	$S-\text{C}_6H_4-Cl$	
253	-	-	-	-	$S-\text{C}_6H_4-Br$	
254		-	II	-	SCl_2	
255	-	-	-	-	SC_2H_5	
256	-	-	-	-	$S-\text{C}_6H_4$	
257	-	-	-	-	$S-\text{C}_6H_4-Cl$	
258	-	-	Cl_2	-	SCl_2	
259	-	-	-	-	$S-\text{C}_6H_4-Cl$	
260		-	II	-	SCl_2	
261	-	-	-	-	SCl_2	

- 42 -

252		CH_3	H	HCl	$\text{SCl}_2(\text{CH}_3)_2$	
253					$\text{SCl}_2\text{H}_2(\text{H})$	
254					$\text{SCl}_2\text{C}_2\text{H}_5$	
255					$\text{SCl}_2\text{C}=\text{CH}_2$	
256						
257						
258						
259						
260			CH_3		SCl_2	
261					SCl_2H_2	
262					$\text{SCl}_2(\text{CH}_3)_2$	

273		CH_3	CH_3	HCl	$\text{SCl}_2(\text{H})$	
274					$\text{SCl}_2\text{C}_2\text{H}_5$	
275					$\text{SCl}_2\text{C}=\text{CH}_2$	
276						
277						

- 43 -

本発明化合物はマトウムン、コナザ、アブラムシ、ツマグロコバヤ、トビイロウンカなど、各種の害虫に高い殺虫活性を示す。又、通年コナザ、ウンカ、ロコバヤ、アブラムシ等多くの害虫において有機リン剤、カーバメイト剤に対する抵抗性が発達し、それら薬剤の効力不足問題を伴っており、抵抗性系統の害虫にも有効な薬剤が求められている。本発明化合物は感受性系統のみならず、有機リン剤、カーバメイト剤抵抗性系統の害虫にも優れた殺虫効果を行う薬剤である。

(課題を解決するための手段—殺虫剤)

本発明の殺虫剤は、一般式(1)で表わされる化合物を有効成分として含有するものであり、有効成分化合物を製品の主成分でも使用できるが、通常、一般の農薬のとりあつて形態、即ち、水剤、水溶液、粉剤、乳剤、粒剤、フロアブル等の形態で供給される。添加剤及び担体としては、固形剤を目的とする場合は、大豆粉、小麦粉等の植物性粉末、珪藻土、炭灰石、石炭、タルク、ベントナイト、クレイ等の炭素質微粒子、安息香酸ソーダ、

- 44 -

尿素、芒硝等の有機および無機化合物が使用される。

液体の剤型を目的とする場合は、植物油、鉱油、ケロシン、キシレンおよびソルベントナフサ等の石油留分、シクロヘキサン、シクロヘキサノン、ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド、トリクロルエチレン、メチルイソブチルケトン、水等を溶剤として使用する。これらの製剤において、均一かつ安定な形態をとるために必要ならば界面活性剤を添加することもできる。このようにして得られた水剤、乳剤、水溶液、フロアブル剤は水で所定の濃度に希釈して懸濁液あるいは乳濁液として、粉剤、粒剤はそのまま、植物に散布する方法で使用される。

なお、本発明化合物は単独でも十分有効であることはいうまでもないが、各種の殺虫剤、殺ダニ剤及び農薬と混合して使用することでもできる。

本発明化合物と混合して使用できる殺ダニ剤や殺虫剤の代表例を以下に示す。

殺ダニ剤(殺菌剤)：

クロルベンジレート、クロルプロピレート、ブ

ロクロノール、フェニソプロモレート、ジコホル、ジノブトシ、ヒナバクリル、クロルフェナミジン、アミドラズ、H P P S、P P P S、ベンゾメート、ヘキシチアゾクス、酸化フェンブクスズ、ポリオクシン、キノメチオネート、チオキノリクス、C P C H S、テトラジオン、カヤサイト、アベルメクチン、多環化石炭、クロフェンダジン、フルベソウミン、フルフェノクスロン、チオファネートメチル、ペノミル、チウラム、I B P、E D O P、フサライド、プロヘチゾール、イソプロチオラン、T P N、キアブタン、ポリオキシシ、プラストサイジンS、カスガマイシン、バリダマイシン、トリシクラーゾール、ピロキロン、フェナジンオキシド、メブロニル、フルトラニル、ペンシクロン、イブロジオン、ヒメキサゾール、メタラチル、トリフルミゾール、ジクロメジン、テクロフタラム。

背線剤及びカーバメイト誘導体(殺ダニ剤)：

フェンチオン、フェニロチオン、ダイアジノン、クロルピリロス、H S P、バミドチオン、フ

エンチエート、ジノトエート、ホルチオン、マラソン、ジブチレックス、チオメトン、ホスメット、メナジン、ジクロルボス、アセフェート、E P B P、ジアリホル、メチルパラチオン、オキシジメトンメチル、エチオン、アルデコカーブ、プロギキシュール、モノミル、B P M C、

ピレスロイド系殺虫剤(殺ダニ剤)：

パーメスリン、サイパーメスリン、デカメスリン、フェンバレーイト、フェンプロバスリン、ピレトリン、アレスリン、テトラメスリン、レスメスリン、バルスリン、ジノスリン、プロバスリン、ピフェンスリン、プロスリン、ラルバリネート、シフルスリン、シハロスリン、フルシラネート、エトフェンブロックス、シクロプロトリン、トラロメトリン、

ベンゾイルウレアフェニル系及びその他の殺虫剤：

デメフルベンズロン、クロルフルアズロン、トリフルムロン、ナフルベンズロン、ブプロフェジン、有機燐。

(実施例一般虫剤)

- 4 7 -

次の製剤の實施例を示すが、添加する担体、界面活性剤等はこれらの實施例に限定されるものではない。

実施例 4 乳 剤

本発明化合物	10部
アルキルフェニルポリオキシエチレン	5部
ジメチルサルムアミド	50部
キシレン	35部

以上を混合溶解し、使用に際し水で希釈して乳剤液として散布する。

実施例 5 水和剤

本発明化合物	30部
高級アルコール硫酸エステル	6部
珪藻土	70部
ホワイトカーボン	5部

以上を混合して微粉に初練し、使用に際し水で希釈して懸濁液として散布する。

実施例 6 粉 剤

本発明化合物	5部
タルク	94.7部

- 4 8 -

シリカ 0.3部
以上を混合初練し、使用に際してはそのまま散布する。

実施例 7 粒 剤

本発明化合物	5部
クレー	73部
ベントナイト	20部
ジオクチルスルホサクシネート	

ナトリウム塩 1部

リン酸ナトリウム 1部

以上を造粒し、使用に際してはそのまま施用する。

(発明の効果)

試験例 1 ワタアブラムシに対する効力

24鉢に播種した菜豆後10日を経過したキュウリにワタアブラムシを一度あたり30〜50頭小瓶を用いて定植した。1日後に被害虫を取り除いて、前記薬剤の實施例4に示された乳剤の処方に従い化合物濃度が125ppmになるように水で希釈した農液を散布した。温度25℃、湿度50%

5%の恒湿室内に置き、7日後に生虫数を数え、処理区との比較から防除率を求めた。結果を第2表に示した。

第 2 表

化合物番号	7 日 後 防 除 率	
	1	2 5 p p m
1	100 %	
48	100	
158	100	
218	100	
237	100	
対象化合物A	0	
対象化合物B	100	

対象化合物A:



対象化合物B:



試験例2 ツマグロコバイに対する効力

発芽後7日を経過したイネ幼苗を、前記薬剤の実施例4に示された乳剤の調方に従い、化合物濃度が125ppmになるように水で希釈した薬液に30秒間浸漬した。風乾後、処理苗を試験官に入れ、有標増殖、カーバメート剤抵抗性系統のツマグロコバイ3令幼虫10頭を接種した。ガーゼで蓋をして、湿度25℃、湿度65%の恒湿室内に置き、5日後に殺虫率を調べた。結果を第3表に示した。

対象化合物A:



第 3 表

化合物番号	5 日 後 殺 虫 率	
	1	2 5 p p m
1	100 %	
48	100	
99	100	
158	100	
218	100	
237	100	
対象化合物C	0	

対象化合物C:



出版人: 日本専売株式会社

代理人: 横山宮英

同: 横山宮英

第1頁の続き

⑤Int. Cl.¹

C 07 D 233/64
 237/08
 237/12
 238/26
 241/12
 241/18
 261/08
 261/10
 263/32
 263/34
 277/28
 277/32
 307/52

識別記号

105

庁内整理番号

8412-4C
 6529-4C
 6529-4C
 6529-4C
 6529-4C
 6529-4C
 7624-4C
 7624-4C
 7624-4C
 7624-4C
 7431-4C
 7431-4C
 6971-4C

⑥発明者 山田 富夫 神奈川県小田原市高田字柳町345 日本曹達株式会社小田
 原研究所内
 ⑥発明者 波多野 遼平 神奈川県小田原市高田字柳町345 日本曹達株式会社小田
 原研究所内
 ⑥発明者 高草 伸生 神奈川県小田原市高田字柳町345 日本曹達株式会社小田
 原研究所内